

**OPTICAL POLYMERIC MATERIAL AND OPTICAL WAVEGUIDE MADE THEREFROM**

**Patent number:** JP2000230052  
**Publication date:** 2000-08-22  
**Inventor:** TOYODA SEIJI; KURIHARA TAKASHI; IMAMURA SABURO  
**Applicant:** NIPPON TELEGRAPH & TELEPHONE  
**Classification:**  
- international: C08G77/16; G02B6/12; C08G77/00; G02B6/12; (IPC1-7): C08G77/16; G02B6/12  
- european:  
**Application number:** JP19990034924 19990212  
**Priority number(s):** JP19990034924 19990212

**Report a data error here**

**Abstract of JP2000230052**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a polymeric material which can give an optical waveguide showing a small loss in a specified or broader wavelength region and having excellent heat resistance, humidity resistance, solvent resistance, and cracking resistance by using a fluoroalkyl or a fluoroarylalkyl as a side chain introduced into each of the repeating units constituting a polysilasesquioxane. **SOLUTION:** This polymeric material is a polymer comprising repeating units of formulae I and II wherein R1 is a fluoroalkyl or a copolymer of one comprising repeating units of formulae I and II with one comprising repeating units of formulae III and IV wherein R2 is a fluoroarylalkyl. Desirably R1 in formulae I and II is  $-C_mH_{2m}C_nF_{2n+1}$  wherein n is an integer of 1-10; and m is an integer of 2-10. It is desirable that R2 in formulae III and IV is  $-C_pH_{2p}Ar$  wherein Ar is a fluoroaryl; and p is an integer of 2-10. This material shows a small loss in a wavelength region of 1.53-1.61  $\mu m$ .

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

**THIS PAGE BLANK (ASPTO)**

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-230052

(P2000-230052A)

(43)公開日 平成12年8月22日(2000.8.22)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テマコード\*(参考)

C 0 8 G 77/16

C 0 8 G 77/16

2 H 0 4 7

G 0 2 B 6/12

G 0 2 B 6/12

N 4 J 0 3 5

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 7 頁)

(21)出願番号

特願平11-34924

(22)出願日

平成11年2月12日(1999.2.12)

(71)出願人 000004226

日本電信電話株式会社

東京都千代田区大手町二丁目3番1号

(72)発明者 豊田 誠治

東京都新宿区西新宿三丁目19番2号 日本

電信電話株式会社内

(72)発明者 栗原 隆

東京都新宿区西新宿三丁目19番2号 日本

電信電話株式会社内

(74)代理人 100077481

弁理士 谷 義一 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 高分子光学材料およびそれを用いた光導波路

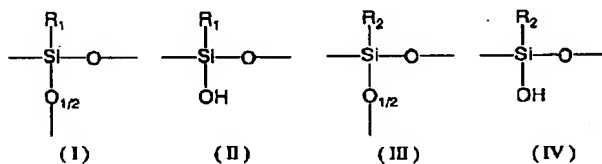
(57)【要約】

【課題】 広帯域の1.40-1.61 $\mu$ mにおいても低損失で、耐熱性、耐湿性が高く、かつ耐クラック性に優れた光学材料の提供

【解決手段】 一般式 (I) および (II) (式中R<sub>1</sub> は

フッ素化アルキル基である)を繰り返し単位とするものと、一般式 (III)および (IV) (式中R<sub>2</sub> はフッ素化アリールアルキル基である)を繰り返し単位とするものと、の共重合体である高分子光学材料。

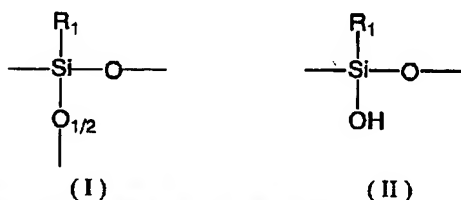
【化5】



【特許請求の範囲】

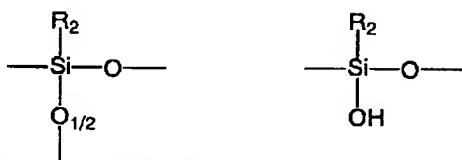
【請求項1】 一般式 (I) および (II) (式中  $R_1$  はフッ素化アルキル基である) を繰り返し単位とする重合体であることを特徴とする高分子光学材料。

【化1】



【請求項2】 請求項1に記載の一般式 (I) および (II) (式中  $R_1$  はフッ素化アルキル基である) を繰り返し単位とするものと、一般式 (III) および (IV) (式中  $R_2$  はフッ素化アリールアルキル基である) を繰り返し単位とするものとを共重合体であることを特徴とする高分子光学材料。

【化2】



【請求項3】 前記一般式 (I) および (II) 中の  $R_1$  が  $-C_m H_{2m} C_n F_{2n+1}$  であり、および  $n$  は1から10の整数でありおよび  $m$  は2から10の整数であることを特徴とする請求項1または2に記載の高分子光学材料。

【請求項4】 前記一般式 (III) および (IV) 中の  $R_2$  が  $-C_p H_{2p} A_r$  であり、 $A_r$  はフッ素化アリール基であり、および  $p$  は2から10の整数であることを特徴とする請求項2に記載の高分子光学材料。

【請求項5】 前記一般式 (I) および (II) 中の  $R_1$  が  $-CH_2 CH_2 CF_3$ 、 $-CH_2 CH_2 C_4 F_9$ 、 $-CH_2 CH_2 C_6 F_{13}$ 、および  $-CH_2 CH_2 C_8 F_{17}$  からなる群から選択されたフッ素化アルキル基の1つであることを特徴とする請求項3に記載の高分子光学材料。

【請求項6】 前記一般式 (III) および (IV) 中の  $R_2$  が  $-CH_2 CH_2 C_6 F_5$  基であることを特徴とする請求項4に記載の高分子光学材料。

【請求項7】 請求項1から6のいずれか1つに記載の高分子光学材料をコアまたはクラッドとして用いることを特徴とする高分子光導波路。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、光学材料およびそれを用いた光導波路に関するものであり、それらは、一般光学や微小光学分野で、また、光通信や光情報処理の

分野で用いられる種々の光学部品、光集積回路または光配線板等に利用できる。

【0002】

【従来の技術】 時間分割された信号を異なる波長において伝送するWDMシステムは、高度情報社会に必要な高速大容量通信を実現できるシステムとして有望視されている。このWDMシステムにおいてキーとなる光デバイスは、光源、光増幅器、光合波器、光スイッチ、波長可変フィルター、波長変換器があげられる。近年、1560-1610nm帯の光増幅器が開発されつつあり

【例えば、福島他、OFC'97, PD3, (1997年)】従来の1530-1565nm帯とあわせて、約80nmの帯域が波長多重に使い、0.8nm間隔で多重化すると100波、0.4nm間隔では200波が多重可能になる。このような広帯域で安定に動作する光デバイスが望まれる。

【0003】 光スイッチや波長可変フィルターを形成する光導波路用として高分子を用いると以下の2点が特徴として考えられる。第一に、高分子材料はスピンコート法やディップ法等による薄膜形成が容易であり、大面積の光部品を作製するのに適している。成膜に際して高温での熱処理工程を含まないことから、石英等の無機ガラス材料を用いる場合に比べて、半導体基板やプラスチック基板等、高温での熱処理が困難な基板上に光導波路を作製できるという利点がある。さらに、高分子の柔軟性や強靱性を活かしたフレキシブルな光導波路の作製も可能である。こうしたことから、光通信の分野で用いられる光集積回路や、光情報処理の分野で用いられる光配線板等の光導波路部品を、高分子光学材料を用いて大量・安価に製造できることが期待されている。第2に、一般的に高分子材料は石英等の無機ガラス材料に比べて屈折率の温度依存定数(TO定数)がおおよそ1桁大きい。高分子材料のTO定数は、体積膨張の温度変化により支配されており、1桁大きいTO定数は高分子材料の柔軟性を反映した特徴である。このTO定数の高い高分子材料を用いると、消費電力の小さい熱光学スイッチや熱光学波長可変フィルターを作製することが可能になる。例えば、後者については、渡辺等による熱架橋シリコーンを用いた熱光学デバイスが報告されている(渡辺等、エレクトロニクス・レターズ、第33巻18号、1547頁、(1997年))。以上の2点は一般的に高分子が有する特徴であるが、光導波路用には、高耐熱性、高疎水性および低損失性の要求をクリアしなければならぬ。熱架橋シリコーン高分子はシラセスキオキサン構造を分子骨格とし、ラダー構造を有するため優れた耐熱性を示す。また、側鎖のフェニル基やアルキル基が疎水性であるために耐湿性が高い。さらに、側鎖に含まれるC-H結合の水素がハロゲンまたは重水素に置換されているために、C-H結合の伸縮または変角振動の倍音または結合音に起因する近赤外域における吸収が低減されて

いる。

【0004】熱架橋シリコン高分子を用いて、コア／クラッド構造からなる光導波路を作製する場合、精密に制御された屈折率差を有する少なくとも2種の材料が必要となる。その屈折率差は一般的には0.1%～5%の範囲である。例えば、シングルモード光ファイバと導波光のモード径を合わせる場合、コア部の形状は8 $\mu$ m角の正方形、屈折率差は0.3%であることが望ましい。前記文献に記載の高分子光学材料においては、側鎖の異なる繰り返し単位を共重合することにより、屈折率の制御を行っている。例えば、高屈折率の側鎖としてフェニル基、低屈折率の側鎖としてメチル基等の直鎖状アルキル基が知られている。すなわち、フェニル基側鎖のポリフェニルシラセスキオキサンをコア材料とした場合、フェニルシラセスキオキサンとメチルシラセスキオキサンとの共重合体をクラッド材料として用いることができる。例えば、コア部断面形状が8 $\mu$ m角の正方形であるシングルモード光導波路をシリコン基板上に形成する場合、メタルクラディングの影響を回避するためには、下部クラッドとして15 $\mu$ m程度以上の膜厚が必要となる。ここで、メタルクラディングとは下部クラッドの厚さが薄い場合にコア部を導波する光がシリコン基板へ引き込まれて、導波損失が顕著に大きくなることをいう。また、上部クラッドに関しても表面の塵または汚れ、外部からの応力等の影響がコア部を導波する光に及ばないようにするためには、上部クラッドとしてコア上面から8 $\mu$ m程度以上の膜厚が必要となる。実際、側鎖が全てフェニル基であるポリフェニルシラセスキオキサンを用いた場合には、硬化後の薄膜が硬いためにクラックが入り易く、15 $\mu$ m程度以上の膜厚を信頼性良く得るのは困難であった。しかし、フェニル基以外の側鎖を導入することにより、硬化後の薄膜の柔軟性を向上し、クラックの発生率を大幅に低減することができる。そのための側鎖として、従来、メチル基等の直鎖状アルキル基が知られていた。すなわち、フェニル基に代えて側鎖の一部にメチル基等の直鎖状アルキル基を導入した場合、側鎖のアルキル基の含有量が増えるにつれて、硬化後の薄膜はより柔軟となりクラックの発生率が大幅に低減する。すなわち、側鎖にメチル基等の直鎖状アルキル基を導入することは、ポリシラセスキオキサン系の架橋型高分子光学材料に、前記の屈折率制御性を与えると同時に、耐クラック性を与えるものである。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところが、WDMシステムに用いられる1.55 $\mu$ m波長帯に関してC—H結合の伸縮または変角振動の倍音または結合音に起因する光吸収が現われる場合があり、導波損失に大きな影響を及ぼす。例えば、メチル基の場合は、C—H結合の伸縮振動の2倍音と横揺れ変角振動との結合音が波長1.52 $\mu$ mに現われ、1.55 $\mu$ m波長帯の導波損失に大き

な影響を及ぼす。また、重水素化フェニル基の場合には、C—D結合の伸縮の3倍音が、1.50 $\mu$ mに現れ、1.55 $\mu$ mより短波長帯の導波損失に大きな影響を及ぼす。本発明はこのような現状に鑑みてなされたものであり、その目的は、1.53～1.61 $\mu$ mあるいはこれより広帯域において低損失であり、かつ耐熱性、耐湿性、耐溶剤性および耐クラック性に優れた高分子光学材料、およびそれを用いた光導波路を提供することにある。

【0006】通信波長帯において、透明性を向上させるためにC—H、C—D結合のHおよびDをフッ素により置換する方法が一般的に有効である。特開平3-188402号公報（今村等）に示されているように、パーフルオロアルキル基を側鎖とするシラセスキオキサン類を用いると、その導波路は光学的透明性の点で優れた特性を示すと考えられる。しかし、シリコン原子の $\alpha$ 位および $\beta$ 位炭素に結合したフッ素は不安定であるため、パーフルオロアルキル基を側鎖とするシラセスキオキサン類を用いて作成した導波路は化学的に不安定になる可能性があり、化学的に安定なフッ素化アルキル基を有するシラセスキオキサン類の材料の探索が必要とされていた。

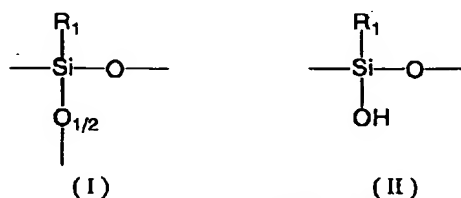
【0007】

【課題を解決するための手段】本発明を概説すれば、本発明の第1の実施の形態は以下(1)～(6)に示す高分子光学材料に関する発明である。

【0008】(1) 一般式(I)および(II)（式中 $R_1$ はフッ素化アルキル基である）を繰り返し単位とする重合体であることを特徴とする高分子光学材料である。

【0009】

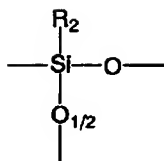
【化3】



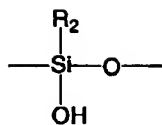
【0010】(2) (1)に記載の一般式(I)および(II)（式中 $R_1$ はフッ素化アルキル基である）を繰り返し単位とするものと、一般式(III)および(IV)（式中 $R_2$ はフッ素化アリールアルキル基である）を繰り返し単位とするものとを共重合体であることを特徴とする高分子光学材料である。

【0011】

【化4】



(III)



(IV)

【0012】(3) 前記一般式(I)および(II)中の $R_1$ が $-C_m H_{2m} C_n F_{2n+1}$ であり、および $n$ は1から10の整数でありおよび $m$ は2から10の整数であることを特徴とする(1)または(2)に記載の高分子光学材料である。

【0013】(4) 前記一般式(II)中の $R_2$ が $-C_p H_{2p} Ar$ であり、 $Ar$ はフッ素化アリール基であり、および $p$ は2から10の整数であることを特徴とする(2)に記載の高分子光学材料である。

【0014】(5) 前記一般式(I)および(II)中の $R_1$ が $-CH_2 CH_2 CF_3$ 、 $-CH_2 CH_2 C_4 F_9$ 、 $-CH_2 CH_2 C_6 F_{13}$ 、および $-CH_2 CH_2 C_8 F_{17}$ からなる群から選択されたフッ素化アルキル基の1つであることを特徴とする(3)に記載の高分子光学材料である。

【0015】(6) 前記一般式(III)および(IV)中の $R_2$ が $-CH_2 CH_2 C_6 F_5$ 基であることを特徴とする(4)に記載の高分子光学材料である。

【0016】本発明の第2の実施の形態は、高分子光導波路に関する発明であって、第1の発明の高分子光学材料をコアまたはクラッドとして用いることを特徴とする。

【0017】本発明は、前記の屈折率の制御およびクラック発生の抑制のために導入する側鎖を、従来のような直鎖状のアルキル基ではなく、後述するようにフッ素化アルキル基に改良することにより、 $1.53-1.61 \mu m$ の広帯域での透明性を損なわずに、屈折率の制御性を与え、かつ耐クラック性を向上させることができることを見出し、さらに、当該材料を用いて作製した光導波路は $1.53-1.61 \mu m$ のみならず $1.3 \mu m$ 波長帯あるいはこれより広帯域においても低導波損失であり、かつ高い耐熱性と耐湿性を有していることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0018】本発明は、従来の架橋型ポリシラセスキオキサン系の高分子光学材料が、屈折率の制御およびクラック発生の抑制を、 $1.53-1.61 \mu m$ の広帯域での透明性を損なう原因となる直鎖状のアルキル基の側鎖への導入により行うのに対して、 $1.53-1.61 \mu m$ あるいはこれより広帯域での透明性を損なうことのないエチレン結合部を有するフッ素化アルキル基またはフッ素化アリールオキシ基を側鎖に導入することによって、屈折率の制御性を与え、かつ耐クラック性を向上させるものである。

【0019】本発明で用いられる $R_1$ は、完全にあるいは部分的にフッ素化されたフッ素化アルキル基であり、好ましくは $-C_m H_{2m} C_n F_{2n+1}$ ( $n$ は1から10の整数および $m$ は2から10の整数)で示されるフッ素化アルキル基であり、最も好ましくは $-CH_2 CH_2 CF_3$ 、 $-CH_2 CH_2 C_4 F_9$ 、 $-CH_2 CH_2 C_6 F_{13}$ 、および $-CH_2 CH_2 C_8 F_{17}$ からなる群から選択されたフッ素化アルキル基である。 $n$ は、好ましくは1から8の整数である。 $m$ は、好ましくは2から8の整数であり、より好ましくは2から6の整数である。これらの置換基は、比較的低い屈折率を発現させ、本発明の高分子光学材料に耐クラック性を付与し、かつ $1.53-1.61 \mu m$ の広帯域で透明である。さらに、これらの置換基はシリコン原子の $\alpha$ 位および $\beta$ 位の炭素に結合するフッ素を持たないため、化学的にも安定である。

【0020】本発明で用いられる $R_2$ は、完全にあるいは部分的にフッ素化されたフッ素化アリールアルキル基であり、好ましくは $-C_p H_{2p} Ar$ ( $p$ は2から10の整数)であり、ここで $Ar$ はフッ素化アリール基であり、最も好ましくは $-CH_2 CH_2 C_6 F_5$ 基である。 $p$ は、好ましくは2から8の整数であり、より好ましくは2から6の整数である。 $Ar$ は、置換基を有してもよい完全にまたは部分的にフッ素化されたフェニル基、ナフチル基、およびアントリル基が好ましく、より好ましくは完全にフッ素化されたフェニル基、ナフチル基、およびアントリル基である。この置換基は、比較的高い屈折率を発現させ、かつ $1.53-1.61 \mu m$ の広帯域で透明である。この置換基もまた、シリコン原子の $\alpha$ 位および $\beta$ 位の炭素に結合するフッ素を持たないため、化学的にも安定である。

【0021】以下、本発明の内容をさらに詳細に説明する。

【0022】本発明の第1の実施の形態における光学材料を用いる際には、一般式(I)、(II)(III)、および(IV)で表される繰返し単位を有する共重合体以外の成分として、溶媒または触媒を含有することができる。溶媒を含有することにより、該光学材料は薄膜の形成工程に対応した適当な粘性を有する流動体となる。この際に用いられる溶媒としては、トルエン、キシレン、メシチレン、クロロベンゼン等の芳香族類、エタノール、 $n$ -プロパノール、イソプロパノール、ブタノール等のアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、メチルイソアミルケトン等のケトン類、酢酸エチル、酢酸ブチル、乳酸エチル等のエステル類、2-エトキシエタノール、2-ブトキシエタノール等のセロソルブ類、酢酸2-エトキシエチル、酢酸2-ブトキシエチル等のセロソルブアセテート類、ジブチルエーテル、エチレングリコールジメチルエーテル、エチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチ

ルエーテル等のエーテル類、テトラヒドロフラン、N-メチルピロリドン、γ-ブチロラクトン等の複素環類等が挙げられる。該光学材料は、溶媒の種類の選択と溶液濃度の調整により、薄膜の形成工程に対応した適当な粘性を得ることができる。さらに、均質で平坦性の高い薄膜を作製するためには、一般式(I)、(II)、(III)、および(IV)で表される繰り返し単位を有する共重合体との相溶性が良く、高沸点の溶媒を用いることが望ましい。

【0023】該光学材料の硬化は、一般式(II)、および(IV)で表される繰り返し単位中に含まれる水酸基末端の縮合反応によって三次元架橋構造を形成することで行われる。硬化温度と硬化時間は、側鎖または末端の種類に依存するが、一般的には、150℃～300℃の温度で1時間から数時間程度、電気炉中で加熱して行う。なお、該光学材料が溶媒を含む場合には、硬化反応の前に硬化温度より低温度、例えば、60℃～100℃の温度で予め溶媒を除去することが望ましい。さらに、該光学材料を用いる際には、硬化反応を促進するための触媒を添加することができる。例えば、水酸化テトラメチルアンモニウム等の添加により、硬化温度を低下または硬化時間を短縮することができる。

【0024】本発明の第1の実施の形態の高分子光学材料を用いて、本発明の第2の実施の形態の光導波路を作製する場合、その工程は以下のように行うことができる。

【0025】まず、光導波路に要求される導波モード条件に応じて、材料の屈折率調整を行い、コア/クラッド材料として精密に制御された屈折率差を有する少なくとも2種の材料を準備する。屈折率差の大きさは導波すべき光のモードとコアの寸法に応じて決定されるが、一般的には0.1%～5%の範囲である。例えば、シングルモード光ファイバと導波光のモード径を合わせる場合、コア部の断面形状は8μm角の正方形、屈折率差は0.3%であることが望ましい。該光学材料においては、一般式(I)および(II)を繰り返し単位とする成分が、一般式(III)および(IV)を繰り返し単位とする成分に比べて低い屈折率を有するために、共重合の比率を変えることによって屈折率の調整が可能である。

【0026】次に、屈折率調整をしたクラッド材料を基板の上に下部クラッドとしてスピンコート法等により塗布し、これを上記の方法により硬化する。次いで、この上に屈折率調整をしたコア材料をスピンコート法等により塗布し、これを上記の方法により硬化する。ここで、下部クラッド層は硬化されているために、コア材料を塗布する際にインターミキシングが発生することはない。

【0027】続いて、コア層の上にエッチングマスクとなる層を形成し、フォトリソグラフィ等により導波路パターンに加工する。エッチングマスクの材料としては、有機フォトリソグレイスまたは金属等が用いられる。さ

らに、コア層を反応性イオンエッチングにより所望の導波路パターンに加工し、最後に上部クラッド層を塗布し、硬化する。ここで、下部クラッド層およびコア層は硬化されているために、上部クラッド材料を塗布する際にインターミキシングが発生することはない、こうして作製された光導波路は、用いた材料がアルキル基の代わりにフッ素化アルキル基またはフッ素化アリールアルキル基を含んでいるために、1.3μm波長帯のみならず1.55μm波長帯においても低導波損失であり、かつ耐熱性、耐湿性に優れている。

【0028】

【実施例】以下、本発明を実施例によりさらに具体的に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されない。

【0029】(実施例1)ペンタフルオロフェニルエチルトリクロロシラン(236.9g、0.72mol)と(3,3,3-トリフルオロプロピル)トリクロロシラン(231.5g、1.00mol)を脱水処理したテトラヒドロフラン1リットルに溶解し、ここに水(92.9g、5.16mol)を液温が上昇しないようにゆっくりと滴下した。続いて、反応液を攪拌しながら、ここに炭酸水素ナトリウム(433.4g、5.16mol)を加えた。炭酸ガスの発生が終了後、さらに1時間攪拌を続けた。次いで、反応液を濾過し、ロータリーエバポレータで濾液のテトラヒドロフランを留去したところ、無色透明で粘稠な液体を得た。さらに、この液体を真空乾燥することによりポリマーAを得た。本材料の分子量をGPCで測定したところ、重量平均分子量 $M_w=3300$ 、数平均分子量 $M_n=1500$ であった。

【0030】上記ポリマーA50gおよび溶媒メチルイソブチルケトン(MIBK)50gからなる組成物Bを調製した。本組成物は、200℃で1時間加熱処理することにより硬化し、溶媒に対して不溶となることが判明した。

【0031】また、フェニルトリクロロシラン(236.9g、1.12mol)とシクロヘキシルトリクロロシラン(208.4g、0.96mol)を脱水処理したテトラヒドロフラン1リットルに溶解し、ここに水(108g、6.00mol)を液温が上昇しないようにゆっくりと滴下した。続いて、反応液を攪拌しながら、ここに炭酸水素ナトリウム(504g、6.00mol)を加えた。二酸化炭素の発生が終了後、さらに1時間攪拌を続けた。次いで、反応液を濾過し、ロータリーエバポレータで濾液のテトラヒドロフランを留去したところ、無色透明で粘稠な液体を得た。さらに、この液体を真空乾燥することによりポリマーCを得た。本材料の分子量をGPCで測定したところ、 $M_w=3300$ 、 $M_n=1500$ であった。

【0032】上記ポリマーC50gおよび溶媒MIBK50gからなる組成物Dを調製した。本組成物は、200℃で1時間加熱処理することにより硬化し、溶媒に対

して不溶となることが判明した。

【0033】上記ポリマーAをコア、ポリマーCをクラッドとして用いる光導波路は、以下のようにして作製した。まず、シリコン処理基板上に組成物Dのスピンコート法により塗布して成膜した。この際、膜厚が $15\mu\text{m}$ となるようにスピンコータの回転数を調整した。形成した薄膜は、 $60^\circ\text{C}$ で2時間加熱して溶媒を除去した後、 $200^\circ\text{C}$ で1時間加熱することにより硬化し、下部クラッド層とした。次いで、この上に組成物Bを用いて、コア層をスピンコート法により形成した。スピンコータの回転数は、コア層の膜厚が $8\mu\text{m}$ となるように調整した。この際、下部クラッド層とコア層との間でインターミキシングは全く見られなかった。形成したコア層は、 $60^\circ\text{C}$ で2時間加熱して溶媒を除去した後、 $200^\circ\text{C}$ で1時間加熱することにより硬化した。続いて、この上にフォトリソグレイス塗布し、フォトリソグラフィにより直線状の導波路マスクパターンを形成した。さらに、反応性イオンエッチングにより、マスクパターン以外の部分のコア層を除去し、幅 $8\mu\text{m}$ 、高さ $8\mu\text{m}$ の矩形断面のコアリッジを形成した。

【0034】この上に組成物Dを塗布し、下部クラッドを形成した場合と同様に硬化して、コア/クラッド構造からなる埋め込み型チャネル光導波路を作製した。上部クラッドの厚さはコアの上面から $8\mu\text{m}$ となるようにした。以上の光導波路作製工程において、クラックの発生は見られなかった。

【0035】この光導波路をダイシングソーによって $5\text{cm}$ の長さに切り出し、導波損失を測定したところ、波長 $1.3\mu\text{m}$ のみならず波長 $1.40\text{--}1.61\mu\text{m}$ でも $0.3\text{dB}/\text{cm}$ 以下であった。また、この光導波路の損失は $75^\circ\text{C}/90\%\text{RH}$ の条件下においても1箇月以上変動しなかった。

【0036】（実施例2）ペンタフルオロフェニルエチルトリクロロシラン（ $329.6\text{g}$ 、 $1.00\text{mol}$ ）と3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 6-ノナフルオロヘキシルトリクロロシラン（ $343.4\text{g}$ 、 $0.90\text{mol}$ ）を脱水処理したテトラヒドロフラン1リットルに溶解し、ここに水（ $103\text{g}$ 、 $5.70\text{mol}$ ）を液温が上昇しないようにゆっくりと滴下した。続いて、反応液を攪拌しながら、ここに炭酸水素ナトリウム（ $479\text{g}$ 、 $5.70\text{mol}$ ）を加えた。炭酸ガスの発生が終了後、さらに1時間攪拌を続けた。次いで、反応液を濾過し、ロータリーエバポレータで濾液のテトラヒドロフランを留去したところ、無色透明で粘稠な液体を得た。さらに、この液体を真空乾燥することによりポリマーEを得た。本材料の分子量をGPCで測定したところ、 $M_w=2400$ 、 $M_n=1200$ であった。

【0037】上記ポリマーE $50\text{g}$ および溶媒MIBK $50\text{g}$ からなる組成物Fを調製した。本組成物は、 $200^\circ\text{C}$ で1時間加熱処理することにより硬化し、溶媒に対

して不溶となることが判明した。

【0038】また、ペンタフルオロフェニルエチルトリクロロシラン（ $329.6\text{g}$ 、 $1.00\text{mol}$ ）と3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 6-ノナフルオロヘキシルトリクロロシラン（ $381.5\text{g}$ 、 $1.00\text{mol}$ ）を脱水処理したテトラヒドロフラン1リットルに溶解し、ここに水（ $108\text{g}$ 、 $6.00\text{mol}$ ）を液温が上昇しないようにゆっくりと滴下した。続いて、反応液を攪拌しながら、ここに炭酸水素ナトリウム（ $504\text{g}$ 、 $6.00\text{mol}$ ）を加えた。二酸化炭素の発生が終了後、さらに1時間攪拌を続けた。次いで、反応液を濾過し、ロータリーエバポレータで濾液のテトラヒドロフランを留去したところ、無色透明で粘稠な液体を得た。さらに、この液体を真空乾燥することによりポリマーGを得た。本材料の分子量をGPCで測定したところ、 $M_w=2400$ 、 $M_n=1200$ であった。

【0039】上記ポリマーG $50\text{g}$ および溶媒MIBK $50\text{g}$ からなる組成物Hを調製した。本組成物は、 $200^\circ\text{C}$ で1時間加熱処理することにより硬化し、溶媒に対して不溶となることが判明した。

【0040】上記ポリマーEをコア、ポリマーGをクラッドとして用いる光導波路は、実施例1に準じて作製した。この光導波路をダイシングソーによって $5\text{cm}$ の長さに切り出し、導波損失を測定したところ、波長 $1.3\mu\text{m}$ のみならず波長 $1.40\text{--}1.61\mu\text{m}$ で $0.3\text{dB}/\text{cm}$ 以下であった。また、この光導波路の損失は $120^\circ\text{C}$ の条件下においても1箇月以上変動がみられなかった。

【0041】（実施例3）ペンタフルオロフェニルエチルトリクロロシラン（ $329.6\text{g}$ 、 $1.00\text{mol}$ ）と3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 8-トリデカフルオロオクチルトリクロロシラン（ $433.4\text{g}$ 、 $0.90\text{mol}$ ）を脱水処理したテトラヒドロフラン1リットルに溶解し、ここに水（ $103\text{g}$ 、 $5.70\text{mol}$ ）を液温が上昇しないようにゆっくりと滴下した。続いて、反応液を攪拌しながら、ここに炭酸水素ナトリウム（ $479\text{g}$ 、 $5.70\text{mol}$ ）を加えた。炭酸ガスの発生が終了後、さらに1時間攪拌を続けた。次いで、反応液を濾過し、ロータリーエバポレータで濾液のテトラヒドロフランを留去したところ、無色透明で粘稠な液体を得た。さらに、この液体を真空乾燥することによりポリマーJを得た。本材料の分子量をGPCで測定したところ、 $M_w=2400$ 、 $M_n=1200$ であった。

【0042】上記ポリマーJ $50\text{g}$ および溶媒MIBK $50\text{g}$ からなる組成物Kを調製した。本組成物は、 $200^\circ\text{C}$ で1時間加熱処理することにより硬化し、溶媒に対して不溶となることが判明した。

【0043】また、ペンタフルオロフェニルエチルトリクロロシラン（ $329.6\text{g}$ 、 $1.00\text{mol}$ ）と3,



3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 8-トリデカフルオロオクチルトリクロシラン (481.5 g, 1.00モル) を脱水処理したテトラヒドロフラン 1リットルに溶解し、ここに水 (108 g, 6.00モル) を液温が上昇しないようにゆっくりと滴下した。続いて、反応液を攪拌しながら、ここに炭酸水素ナトリウム (504 g, 6.00モル) を加えた。二酸化炭素の発生が終了後、さらに1時間攪拌を続けた。次いで、反応液を濾過し、ロータリーエバポレータで濾液のテトラヒドロフランを留去したところ、無色透明で粘稠な液体を得た。さらに、この液体を真空乾燥することによりポリマーLを得た。本材料の分子量をGPCで測定したところ、 $M_w = 2400$ 、 $M_n = 1200$ であった。

【0044】上記ポリマーL 50 gおよび溶媒MIBK 50 gからなる組成物Mを調製した。本組成物は、200℃で1時間加熱処理することにより硬化し、溶媒に対して不溶となることが判明した。

【0045】上記ポリマーJをコア、ポリマーLをクラ

ッドとして用いる光導波路は、実施例1に準じて作製した。この光導波路をダイシングソーによって5 cmの長さで切り出し、導波損失を測定したところ、波長1.3  $\mu\text{m}$ のみならず波長1.40-1.61  $\mu\text{m}$ で0.3 dB/cm以下であった。また、この光導波路の損失は120℃の条件下においても1箇月以上変動がみられなかった。

【0046】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によるポリシラセスキオキサンを用いることにより、広帯域の1.40-1.61  $\mu\text{m}$ においても低損失で、耐熱性、耐湿性が高く、かつ耐クラック性に優れた光学材料が実現できる。

【0047】また、本発明にかかる光学材料を用いた光部品は、特に、光導波路型部品への適用が有利である。したがって、本発明は、一般光学、微小光学、光通信、光情報処理等の分野に適用できる。

---

フロントページの続き

(72)発明者 今村 三郎  
東京都新宿区西新宿三丁目19番2号 日本  
電信電話株式会社内

Fターム(参考) 2H047 KA04 PA02 PA21 PA24 PA28  
QA05 TA00  
4J035 BA04 BA14 CA05U CA051  
CA16N CA161 EA01 FB05  
LA03 LB17

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**